

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-129219

(43)Date of publication of application : 08.05.2003

(51)Int.Cl. C23C 14/06
C23C 14/34
F16C 33/12
F16C 33/14

(21)Application number : 2001-320876

(71)Applicant : NTN CORP

(22)Date of filing : 18.10.2001

(72)Inventor : YAMADA HIROSHI

(54) PROCESS FOR MAKING MoS₂ COMPOSITE FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a low-cost, high-quality and, moisture-resistant MoS₂ composite film.

SOLUTION: An MoS₂ composite powder is prepared by mixing an MoS₂ powder with ≤5 wt.% mixed powder of Ti and TiS₂ based on the MoS₂ powder. The composite powder is used to form the MoS₂ composite film on the surface of a substrate via physical vapor deposition.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-129219

(P2003-129219A)

(43) 公開日 平成15年5月8日(2003.5.8)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テームコード(参考) |
|---------------------------|-------|---------------|-------------|
| C 2 3 C 14/06 | | C 2 3 C 14/06 | D 3 J 0 1 1 |
| | 14/34 | | N 4 K 0 2 9 |
| F 1 6 C 33/12 | | F 1 6 C 33/12 | A |
| | 33/14 | | Z |

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 3 頁)

| | | | |
|-----------|-----------------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願2001-320876(P2001-320876) | (71) 出願人 | 000102692 NTN株式会社 大阪府大阪市西区京町堀1丁目3番17号 |
| (22) 出願日 | 平成13年10月18日(2001. 10. 18) | (72) 発明者 | 山田 博 三重県桑名市大字東方字尾弓田3066 エヌ ティエヌ株式会社内 |
| | | (74) 代理人 | 100074206 弁理士 鎌田 文二 (外2名) |
| | | Fターム(参考) | 3J011 QA02 QA03 SB13 SE06 4K029 AA02 BA51 BA64 BC00 BD04 CA05 DC02 DC12 |

(54) 【発明の名称】 MoS₂複合膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 低コストで良質かつ耐湿性のMoS₂複合膜を提供することを目的とする。

【解決手段】 MoS₂粉末に対し、Ti及びTiS₂の混合粉末を5重量%以下混合したMoS₂複合粉末を製造し、これを用いて物理蒸着法によって基材表面にMoS₂複合膜を形成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 MoS_2 粉末に対し、 Ti 及び TiS_2 の混合粉末を5重量%以下混合した MoS_2 複合粉末を製造し、これを用いて物理蒸着法によって基材表面に MoS_2 複合膜を形成する MoS_2 複合膜の製造方法。

【請求項2】 上記物理蒸着法がスパッタリング法である請求項1に記載の MoS_2 複合膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、 MoS_2 複合膜、具体的には、 MoS_2 、 Ti 及び TiS_2 を含有する複合膜の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】軸受の摺動部等の摩耗が激しい摺動部材には、 MoS_2 固体潤滑膜等の潤滑膜が設けられ、摺動部分の摩耗防止が図られている。この MoS_2 固体潤滑膜を形成する方法としては、いくつかの方法が知られている。この中でも、スパッタリング法が多用されている。しかし、この MoS_2 固体潤滑膜は、真空中、窒素ガス中、乾燥空気中等の湿気の少ない雰囲気下では十分な耐久性を示すものの、湿気の高い雰囲気下では、十分な耐久性を示さない場合がある。

【0003】これに対し、 MoS_2 に他の物質を含ませて MoS_2 複合膜とすることにより、耐湿性を向上させる方法が行われている。この MoS_2 複合膜の製造方法としては、2極スパッタリング装置（ターゲットを1個装着）を用い、 MoS_2 と他の物質とを混合焼結した固形ターゲットを作製してスパッタする方法が行われている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、 MoS_2 と他の物質とを混合焼結するには、バインダーが必要となる。このバインダーは、スパッタリングで同時にスパッタされるため、良質な MoS_2 複合膜が得られない場合がある。

【0005】また、他の MoS_2 複合膜の製造方法として、ターゲットを2個以上装着した非平衡マグネトロンスパッタリング装置、多極マグネトロンスパッタリング装置等を用いる方法がある。しかし、これらは装置が高価であり、かつ、処理費用が高コストになるという問題点を有する。

【0006】そこで、この発明は、低コストで良質かつ耐湿性の MoS_2 複合膜を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】この発明は、 MoS_2 粉末に対し、 Ti 及び TiS_2 の混合粉末を5重量%以下混合した MoS_2 複合粉末を、物理蒸着法によって基材表面に MoS_2 複合膜を形成することにより上記課題を解決したのである。

【0008】 MoS_2 、 Ti 及び TiS_2 の各粉末を混合

して使用するので、任意の割合で混合粉末を製造することができ、この混合粉末を用いて従来の2極スパッタリング装置を用いて処理することができる。このため、安価で任意の割合の MoS_2 複合膜を形成することができると共に、バインダー等の品質低下の原因となるような物質を使用しないので、良質の MoS_2 複合膜を形成することができる。さらに、 MoS_2 に Ti を含有させるので、得られる MoS_2 複合膜の耐湿性を向上させることができる。また、 MoS_2 及び Ti に TiS_2 を混合するので、スパッタにおける放電を安定化させることができる。

【0009】

【発明の実施の形態】以下に、この発明を詳細に説明する。この発明にかかる MoS_2 複合膜の製造方法は、 MoS_2 粉末に Ti 及び TiS_2 の混合粉末を混合して MoS_2 複合粉末を製造し、これを用いて物理蒸着法によって基材表面に MoS_2 複合膜を形成する方法である。

【0010】上記 MoS_2 粉末とは、固形状の MoS_2 を粉末化したものであり、その粒径は特に限定されないが、 $3\mu\text{m}$ 以下がよく、 $0.5\sim 1.5\mu\text{m}$ が好ましい。 $3\mu\text{m}$ より大きいと、耐久性が低下する場合がある。また、 MoS_2 粉末の純度は、高いほど、より良質の MoS_2 複合膜が形成されるのでよく、99.9%以上が好ましい。

【0011】上記 Ti 及び TiS_2 の混合粉末は、 Ti の粉末と TiS_2 の粉末とを混合したものである。この混合割合は、 Ti/TiS_2 で0.5以上が好ましい。尚、複合膜の耐久性は Ti だけでも維持されるので、 TiS_2 の存在割合がゼロでもよい。

【0012】上記の MoS_2 粉末と Ti 及び TiS_2 の混合粉末との混合割合は、 MoS_2 粉末に対し、 Ti 及び TiS_2 の混合粉末を5重量%以下がよい。5重量%より多いと、得られた MoS_2 複合膜の耐久性が低下する場合がある。一方、上記混合割合の下限は、1重量%がよい。1重量%より少ないと、得られる MoS_2 複合膜に耐湿性が十分に付与できなくなる場合がある。

【0013】上記物理蒸着法（以下、「PVD」と略する。）とは、気相法によって薄膜を形成する方法のうち、物理的な方法で行うものをいう。このPVDとしては、真空蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタリング法等があげられる。

【0014】上記基材とは、上記 MoS_2 複合膜が表面に形成される対象物をいい、摺動等で摩耗が生じやすい摺動部材等があげられる。

【0015】上記 MoS_2 複合膜の製造方法は、まず、 MoS_2 粉末と、所定割合で混合した Ti 及び TiS_2 の混合粉末を所定の割合で混合し、 MoS_2 複合粉末を調製する。次いで、この MoS_2 複合粉末をPVDのいずれかの装置のターゲット（1箇所のみ）に設置する。一方、基板部に膜形成対象の基材を設置する。次いで、上

記装置を作動させることにより、基材表面に MoS_2 複合膜を形成させる。このときの装置の作動条件は、一般的な作動条件で十分である。

【0016】

【実施例】以下にこの発明をより具体的に説明する。

（実施例1） Ti 粉末（（株）高純度化学研究所社製；純チタン粉末）6gと TiS_2 粉末（（株）高純度化学研究所社製；二硫化チタン粉末）3gとを混合し、 Ti 及び TiS_2 の混合粉末を調製した。次に、 MoS_2 粉末（（株）高純度化学研究所社製；二硫化モリブデン粉末）100gに、上記 Ti 及び TiS_2 の混合粉末1g、3g、5gのいずれかを加えて混合し、 MoS_2 複合粉末を調製した。すなわち、 MoS_2 粉末に対する Ti 及び TiS_2 の混合粉末の混合割合が1重量%、3重量%、5重量%の3種類の MoS_2 複合粉末を調製した。各 MoS_2 複合粉末は、それぞれ下記の試験に供した。上記 MoS_2 複合粉末16gをマグネトロンスパッタリング装置（アネルバ社製；SPF-210H、ターゲットは1箇所のみ）のターゲットにセットすると共に、基材としてSUS440C製のディスクを基板部に

セットし、スパッタ処理を行った。なお、スパッタ処理において、処理圧力を0.30Pa（0.0023 Torr）、電力密度を3.0W/cm²、処理時間を30minとした。

【0017】得られた MoS_2 複合膜形成ディスクを用い、得られた膜の耐久寿命をピンオンディスク型摩擦試験機（NTN（株）製）を用いて調べた。その結果を図1に示す。なお、耐久寿命試験の試験条件は、下記のとおりである。

- ・ピン：SUS440C製5/16鋼球（無処理品）
- ・雰囲気：大気中（湿度40%前後、及び窒素ガス（湿度 ほぼ0%）中）
- ・荷重：9.81N
- ・すべり速度：1.0m/s
- ・寿命評価： $\mu = 0.25$ に達した時点で自動停止。このときまでの繰り返し摩擦回数を耐久寿命とする。

10

20

30

*

*【0018】（比較例1） MoS_2 粉末に対する Ti 及び TiS_2 の混合粉末の混合割合が0重量%、6重量%の MoS_2 複合粉末を調製した以外は、実施例1と同様にして MoS_2 複合膜形成ディスクを製造し、得られた膜の耐久寿命を測定した。その結果を図1に示す。なお、図1においては、 MoS_2 粉末に対する Ti 及び TiS_2 の混合粉末の混合割合（図1で「混合割合」と称する。）を表示し、実施例1及び比較例1の表示は行わない。

【0019】（結果）図1から明らかなように、窒素ガス中では、湿度がほとんどないため、混合割合が0~5重量%では、耐久寿命に差はなかった。これに対し、大気中（湿度40%）では、混合割合が1~5重量%では、高い耐久寿命を見せるが、混合割合が0重量%、6重量%では、耐久寿命の低下が見られた。

【0020】また、得られた MoS_2 複合膜形成ディスクの膜中に含まれる元素をEPMAで分析した結果、 Ti は混合比に大体比例する割合で含まれていたが、 S は、混合比に比例する形では含まれておらず、 TiS_2 の添加による S 分の膜中への含有増加量は、微量であった。

【0021】

【発明の効果】この発明によれば、 MoS_2 、 Ti 及び TiS_2 の各粉末を混合して使用するので、任意の割合で混合粉末を製造することができ、この混合粉末を用いて従来の2極スパッタリング装置を用いて処理することができる。このため、安価で任意の割合の MoS_2 複合膜を形成することができると共に、バインダー等の品質低下の原因となるような物質を使用しないので、良質の MoS_2 複合膜を形成することができる。さらに、 MoS_2 に Ti を含有させるので、得られる MoS_2 複合膜の耐湿性を向上させることができる。また、 MoS_2 及び Ti に TiS_2 を混合するので、スパッタにおける放電を安定化させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1及び比較例1の結果を示すグラフ

【図1】

